

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-057422

(43)Date of publication of application : 03.03.1989

(51)Int.Cl.

G11B 5/842

(21)Application number : 62-214702

(71)Applicant : FUJITSU LTD

(22)Date of filing : 28.08.1987

(72)Inventor : OGASA KAZUO

(54) PRODUCTION OF MAGNETIC COATING COMPOUND

(57)Abstract:

PURPOSE: To form a magnetic coating compd. suitable for high-density recording with small-diameter kneaded balls by dispersing ferromagnetic material powder into a resin binder by using the specific kneaded balls.

CONSTITUTION: Alumina of a small sp. gr. and zirconia of a large sp. gr. are mixed to form zirconia balls of 3.5W6.5 sp. gr. The diameter of the balls is specified to 1W6mm. The ferromagnetic material powder is dispersed into the resin binder by a ball mill using these kneaded balls. While a dispersion effect is better as the sp. gr. of the kneaded ball is larger and the balls are heavier, the output value when information is reproduced from a magnetic disk medium is larger as the sp. gr. of the balls is smaller. The remarkable effect of increasing the sp. gr. is obtd. and the dispersion effect is improved by the mixture of the zirconia in spite of the diameter of the balls as small as 1W6mm if the sp. gr. is specified in the 3.5W6.5 range.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭64-57422

⑫ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和64年(1989)3月3日

G 11 B 5/842

A-7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 磁性塗料の製造方法

⑮ 特 願 昭62-214702

⑯ 出 願 昭62(1987)8月28日

⑰ 発 明 者 小 笠 和 男

山形県東根市大字東根甲5400-2 株式会社山形富士通内

⑱ 出 願 人 富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

⑲ 復代理人 弁理士 福島 康文

明 細 書

1. 発明の名称

磁性塗料の製造方法

2. 特許請求の範囲

アルミナとジルコニアを混合して比重が3.5 ~ 6.5 で、径が1~6mmの混練ボールを作製し、

この混練ボールを利用して、強磁性体粉末を樹脂バインダー中に分散することを特徴とする磁性塗料の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(概要)

磁気ディスク媒体の磁性塗膜を形成するための磁性塗料の製造方法に関し、

小径の混練ボールで、高密度記録に適する磁性塗料を製造できるように、混練ボールの比重を最適な値にすることを目的とし、

アルミナとジルコニアを混合して比重が3.5 ~ 6.5 で、径が1~6mmの混練ボールを作製し、この混練ボールを利用して、強磁性体粉末を樹脂バインダー中に分散するように構成する。

(産業上の利用分野)

情報処理システムにおける外部記憶装置として使用される磁気ディスク装置の磁気ディスク媒体は、アルミニウムなどの円板に磁性塗料を塗布することで製造される。本発明は、このような磁気ディスク媒体の磁性塗膜を形成するための磁性塗料の製造方法に関する。

(従来の技術)

第6図は磁性塗料が塗布されてなる磁気ディスク媒体を示す図で、(a)は斜視図、(b)は断面図である。磁気ディスク媒体1は、中央に取り付け穴2が開けられており、該取り付け穴2で、磁気ディスク装置のスピンダルに取り付けられ、高速回転しながら、磁気ヘッドによって情報が記録/再生される。

すなわち(b)図に示すように、アルミニウムなどの非磁性基板3の裏面両面に、1μm以下の薄い磁性塗膜4、4を形成し、この磁性塗膜4、4に情報が記録される。

この磁性塗膜4、4は、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ などの強磁性体粉末を、エポキシやフェノール、メラミン等の高分子バインダーとキシレンやトルエン、セロソルブ等の溶剤の中に分散させてなる磁性塗料を、アルミニウムの如き非磁性の基板3の上に塗布することで得られる。

(発明が解決しようとする問題点)

この磁性塗料は、ボールミルまたはサンドミルを用いて強磁性体を樹脂バインダー中に分散させて製造する。分散媒体としては、 Al_2O_3 焼結品が主流であるが、分散混練の過程において分散媒体が摩耗し易く、最新の改良品でも50~100時間の混練で全重量の1~2%が塗料中に摩耗混入する。摩耗粒子径は、1~5 μm もあり、円板に塗布して磁気ディスク媒体として使用したときに、アルミナ粉の突起が発生し、ビットエラーの増加や磁気ヘッドの浮上安定性を阻害する等、高記録密度化の障害となっている。

また別の問題として、磁気ディスク媒体が高記

の比重3.5より大きいと、混練特性も比較的良く、また混練ボールの摩耗量が少なく、かつ摩耗粉の大きさも小さい。ところが、ジルコニアは比重が大きすぎるために、磁性粉を折損し、電磁特性を劣化させる問題がある。

本発明の技術的課題は、従来の磁性塗料の製造方法におけるこのような問題を解消し、小径の混練ボールでも、高密度記録に適する磁性塗料を製造できるように、混練ボールの比重を最適な値とすることにある。

(問題点を解決するための手段)

比重の小さいアルミナと比重の大きいジルコニアを混合して、比重が3.5~6.5のジルコニアボールを作製する。ボール径は1~6mmとする。この混練ボールを利用して、ボールミルで、強磁性体粉末を樹脂バインダー中に分散する。

(作用)

第1図は本発明による磁気ディスク媒体用磁性

録密度化すると、磁性塗膜中の針状磁性粉として微細なものを使用する必要があるが、磁性粉が微細化すると、混練ボールも小さなものを使用しないと分散効果が低下する。その結果アルミナボールでは、混練ボールの重量が不足し、分散不十分で、ビットエラーなどの原因となり、高記録密度化が困難となる。

このような問題の改善策として、樹脂ボールやジルコニアボール等が使用されている。樹脂ボールは、ステンレスなどの芯の外をナイロンなどの樹脂で被覆したものであるが、特に小径ボールでは、ちょうど中心にステンレスを位置決めするのが困難で、芯ずれを起こし易い。そのため、ボールミルとして使用する際に、円滑に回転せず、磁性塗料の分散性に問題がある。また表面が樹脂のため硬度が不足し、磁性粉の固まりを十分に砕くことができない。

これを解消する目的で使われ出したジルコニア(酸化ジルコニウム、 ZrO_2)のボールは、比重が6.0で、アルミナ(酸化アルミニウム、 Al_2O_3)

塗料の製造方法の作用を説明する特性図である。横軸はボール比重、縦軸は磁気ディスク媒体として使用したときの再生出力とビットエラー数を示す。なお測定に使用した磁気ヘッドは、20000BPI、1500 TPI用である。

曲線aで示すように、混練ボールの比重が大きくなるほど、磁気ディスク媒体のビットエラー数は減少する。これは、混練ボールの比重が大きく、重いほど分散効果が優れているからである。これに対し、曲線bで示すように、磁気ディスク媒体から情報を再生したときの出力値は、ボール比重が小さくなるほど増大する。

このように、ビットエラーと再生出力とは、相反する特性を示すが、本発明では、アルミナとジルコニアとの混合比を調整することで、比重が3.5~6.5の範囲のボールを作製する。比重が3.5~6.5の範囲では、ビットエラー数が少なく、しかも出力値も比較的大きい。そのため、ビットエラーおよび出力位置の双方を満足できる磁気ディスク媒体が得られる。

またこのように、比重が3.5～6.5の範囲では、ボール径が1～6mmと小さくても、ジルコニアを混合したことで、比重増大の効果が顕著に現れ、分散効果大きい。一方ボール径が小さく、しかも比重が大き過ぎないため、衝撃が弱く、針状磁性粉が折損され難く配向度が高いので、電磁特性が悪化せず、再生出力値の低下が抑制されている。更にボールからの摩耗粉の発生量も少ない。

(実施例)

次に本発明による磁性塗料の製造方法が実際上どのように具体化されるかを実施例で説明する。混練ボールの最適比重は、磁性粉の含有率、塗料粘度、磁性粉の大きさ、形状などに依存する。本発明に従い、アルミナとジルコニアを混合して、ボール径が1～6mmで、比重が3.5～6.5の分散用のボールを作製し、ボールミルで磁性塗料を製造した結果、第3図～第5図のような良好な結果が得られた。

第2図は本発明の方法で製造された磁性塗料を

使用して磁気ディスク媒体を製造する工程を示す図である。まずアルミニウムの円板を粗加工およびダイヤモンドテープによる仕上げ加工をすることで、基板加工を行ない、次いで洗浄などの前処理を行なう。そして本発明の方法で製造された磁性塗料を遠心力で塗布すると共に、磁石によって磁性粉の方向を揃える配向処理を行なう。この磁性塗料製造の実施例は後で詳述する。磁性塗料塗布および配向処理後は、炉に入れて270℃×6分の条件で焼付け処理してから、ポリッシュテープでポリッシュ加工し、再度270℃×6分の条件で焼き付け処理する。そして潤滑剤を塗布し、最後にバニッシュ加工によって清掃してから単板試験することで、磁気ディスク媒体が完成する。

塗布工程で塗布される磁性塗料は、次の条件で製造された。

バインダー樹脂：アクリル、エポキシ系の塗料

磁性粉：Co被着 γ -Fe₂O₃ 60重量%

以上の材料を、ボールが25g投入された50gボールミルを使用し、10rpmの回転数で24時間混練

した。

このとき使用したボールは、アルミナとジルコニアを混合し、ラバープレス法で作製した、直径が5mmで、比重が4.2のものである。

この磁性塗料の塗布工程以降の条件は次のとおりである。

塗布方法：遠心力によるスピンコート

仕上げ加工方法：テープ・ポリッシュ

使用基板：ダイヤモンドテープで仕上げ加工されたアルミニウム円板

磁気ディスク媒体仕上げ後の磁性塗膜の膜厚は、径が3.5インチの磁気ディスク媒体の場合、0.4μmであった。

このような条件で製造された本発明によるアルミナ・ジルコニア混合ボールを使用して、磁性粉末の混練を行なった磁性塗膜につき、ボール比重と再生出力、ビットエラー数との関係を測定した結果、第1図のような結果が得られた。すなわち、ビットエラー数の減少を実現するには、ボール比重が3.5程度以上が好ましい。再生出力値の増大

を実現する上からは、ボール比重が6～6.5程度以下が好ましい。したがってビットエラー数および再生出力値の双方を満足するには、3.5～6.5程度のボール比重が適している。なお混練ボールからの摩耗量は、1%（磁性粉含有量に対して）以下であり、摩耗粉の大きさは、0.4μm以下であった。

また本発明によるアルミナ・ジルコニア混合ボール（比重5.5(Na1)、比重4.2(Na2)）を使用して、磁性粉末の混練を行なった磁性塗膜につき、従来のアルミナボール(Na3)、従来のジルコニアボール(Na5)および比重3.2の炭化ケイ素ボール(Na4)をそれぞれ使用して磁性粉末の混練を行なった磁性塗膜の特性と比較すると、第3図～第5図のようになる。なお各ボール共、ラバープレス法を用いて作製した。第3図は耐摩耗性を示す図で、横軸が混練時間、縦軸が摩耗率である。混練時間の経過とともに、アルミナボール、炭化ケイ素ボールは高い摩耗率を示しているのに対し、従来のジルコニアボールや本発明によるアルミナ・ジル

コニア混合ボールは、摩耗率が極めて低い。その結果、磁性塗料中における摩耗粉の発生量が減少し、かつボールの寿命も長くなる。

本発明によるアルミナ・ジルコニア混合ボールによれば、ボールの回転数も抑制できる。すなわち従来のアルミナボールでは1分間に20回転が普通であるが、本発明によるアルミナ・ジルコニア混合ボールを使用すると、10回転程度で充分である。このようにボールの回転数を少なくできるため、分散媒体の摩耗量および寿命の問題はさらに向上する。なお従来のジルコニアボールの場合は、20回転では前記のように磁性粉を折損する問題が発生し、10回転程度に落とすと、分散性が悪くなる。

第4図は磁性塗膜の磁気特性（保磁力：Hc）を示す図である。ジルコニアボールが約680〇、アルミナボールが約740〇であるのに対し、本発明によるアルミナ・ジルコニア混合ボールは、735〇および740〇であった。すなわちアルミナは比重が小さく、針状磁性粉の折損が少ない

ため、針状磁粉が維持されて配向度が良好で、電磁特性が向上する。再生出力等の電磁特性で表すと、15～20%の向上に相当する。その結果、情報の記録／再生を行なう際に、充分な出力が得られる。

第5図は磁性塗膜のビットエラー数（ケ／面）を、50面の平均で示したものである。従来のアルミナボールで分散した磁性塗膜は1面当たり9ケ、従来のジルコニアボールで分散した磁性塗膜は1面当たり5ケ発生しているのに対し、本発明によるアルミナ・ジルコニア混合ボールで分散した磁性塗膜では、1面当たり4ケ、4.5ケとなっている。このようにビットエラーが格段と少なくなっているのは、磁性粉の分散性にすぐれ、かつ混練ボールからの摩耗粉が小さく、磁性塗膜における欠陥発生が少ないことに起因するものである。

なお本発明は、材料としては、アルミナとジルコニアの混合のほかに、酸化ケイ素や酸化クロムの混合も可能である。

【発明の効果】

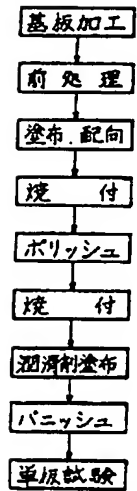
以上のように本発明においては、磁性塗料の分散媒体として、アルミナとジルコニアとを混合してなるアルミナ・ジルコニア混合組成ボールを使用するが、ボール径が1～6mmと小さく、しかも比重が3.5～6.5と小さいことから、磁性粉の破壊が極めて少ない。このため配向度が良く、再生出力等電磁特性が向上する。また高記録密度化のために微細の磁性粉を使用しても、分散性が良好なため、ビットエラーも極めて少なく、塗膜型磁気ディスク媒体の高記録密度化に大きく寄与できる。

5. 図面の簡単な説明

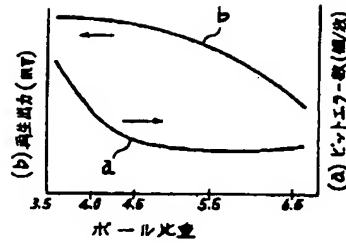
第1図は本発明による磁気ディスク媒体用磁性塗料の製造方法の作用を説明する図、第2図は本発明方法の実施例を示す工程図、第3図～第5図は本発明によるアルミナ・ジルコニア混合ボールと従来の分散ボールとの特性を比較する図、第6図は本発明の方法が適用される磁気ディスク媒体を示す図である。

図において、aはビットエラー数特性、bは再生出力値特性、1は磁気ディスク媒体、3は非磁性基板、4は磁性塗膜である。

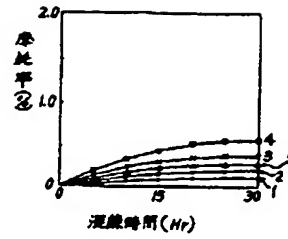
特許出願人 富士通株式会社
復代理人 弁理士 福島 康 文



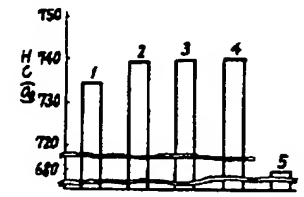
工程図
第2図



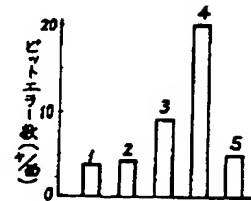
本発明の基本原理
第1図



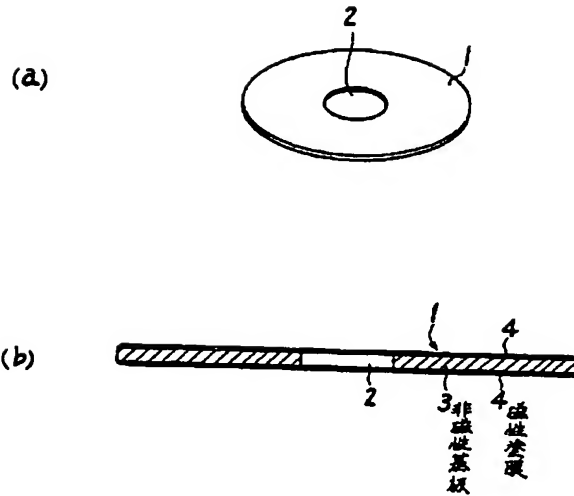
耐摩耗性
第3図



磁気特性
第4図



ビットエラー特性
第5図



磁気ディスク媒体
第6図